

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

УТВЕРЖДАЮ

И.о.генерального директора ФГУП
«ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

А.Н.Пронин

26.03.2020 г.



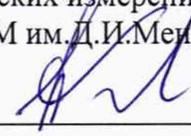
Государственная система обеспечения единства измерений

Детекторы масс-селективные серии 6500

Методика поверки

МП-242-2325-2020

И.о. руководителя отдела
Государственных эталонов в области
физико-химических измерений
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


А.В.Колобова

Ст.научный сотрудник
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»


М.А.Мешалкин

С. Петербург
2020 г.

Настоящая методика распространяется на детекторы масс-селективные серии 6500.

Серия включает в себя следующие детекторы: 6545 Q-TOF LC/MS (модель 6545), 6545XT AdvanceBio LC/Q-TOF (модель 6549), 6546 LC/Q-TOF (модель 6546), 6560 Ion Mobility Q-TOF LC/MS (модель 6560) и устанавливает методы и средства их первичной поверки при вводе в эксплуатацию и после ремонта и периодической поверки в процессе эксплуатации. Поверка детекторов проводится в комплекте с хроматографом.

Основная часть названия детекторов (6545 Q-TOF LC/MS, 6545XT AdvanceBio LC/Q-TOF, 6546 LC/Q-TOF, 6560 Ion Mobility Q-TOF LC/MS) расположена на лицевой панели детекторов в левой верхней (или средней) половине. Цифровое обозначение модели (6545, 6549, 6546, 6560) расположено в выемке в нижней части лицевой панели детектора и имеет формат: G6545X, G6549X, G6546X, G6560X, где G- классификатор вида оборудования по каталогу изготовителя, X - одна из 26 букв современного латинского алфавита, обозначающая шифр способа распределения потока оборудования по складам компании, находящихся в различных регионах.

Поверка детектора проводится в комплекте с хроматографом.

ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта	Проведение операции при поверке	
		первичной	периодической
Подготовка к поверке	5	Да	Да
Внешний осмотр и опробование	6.1	Да	Да
Проверка соответствия ПО	6.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик	6.3	Да	Да

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки используются следующие средства поверки

2.2.1. Основные средства поверки:

- стандартный образец состава левомецетина ГСО 10165-2012.

2.2.2. Вспомогательные средства поверки:

- метанол для хроматографии кв. «хч» по ТУ 6-09-1709-77 (используется в качестве растворителя);

- меры вместимости: пипетки 2 класса точности по ГОСТ 29227-91, колбы наливные 2 класса точности по ГОСТ 1770-74.

- термогигрометр электронный или гигрометр психрометрический, зарегистрированные в Федеральном фонде по обеспечению единства измерений (например ФИФ №22129-09; ФИФ № 69566-17 или аналогичные).

- весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011.

2.2.3. Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих определение метрологических характеристик поверяемых детекторов с требуемой точностью.

2.2.4. Все средства измерений, используемые при поверке, должны иметь свидетельства о поверке, а ГСО и химические реактивы - действующие паспорта.

3. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

К проведению поверки допускаются лица, имеющие техническое образование, изучившие методику поверки и имеющие удостоверение поверителя.

Для снятия данных при поверке допускается участие сервис-инженера фирмы-изготовителя или его авторизованного представителя или оператора, обслуживающего детектор (под контролем поверителя).

4. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 до 30 °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

5. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

5.1. Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

- приготовлены поверочные растворы согласно требованиям п. 6.3.2.2 и 6.3.3.1 настоящей методики поверки;
- параметры детектора должны быть установлены в соответствии с руководством по эксплуатации.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

6.1. Внешний осмотр и опробование.

6.1.1. При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

- отсутствие механических повреждений корпуса;
- четкость маркировки.

6.1.2. Опробование (самотестирование прибора) проводится в автоматическом режиме после включения питания. В случае успешного прохождения тестирования на дисплее появляется стартовое окно программы управления прибором.

6.2. Подтверждение соответствия программного обеспечения

6.2.1. Определение номера версии встроенного программного обеспечения.

6.2.1.1. Версия выводится с помощью автономного ПО MassHunter (модуль Data Acquisition). Нажав правой кнопкой по Actuals, на экране появляется окно Actuals Selection Dialog, в котором нужно выбрать Q-TOF: Firmware version, чтобы версия встроенного программного обеспечения отразилась в окне Actuals. Вид окна Actuals показан на рисунке 1.

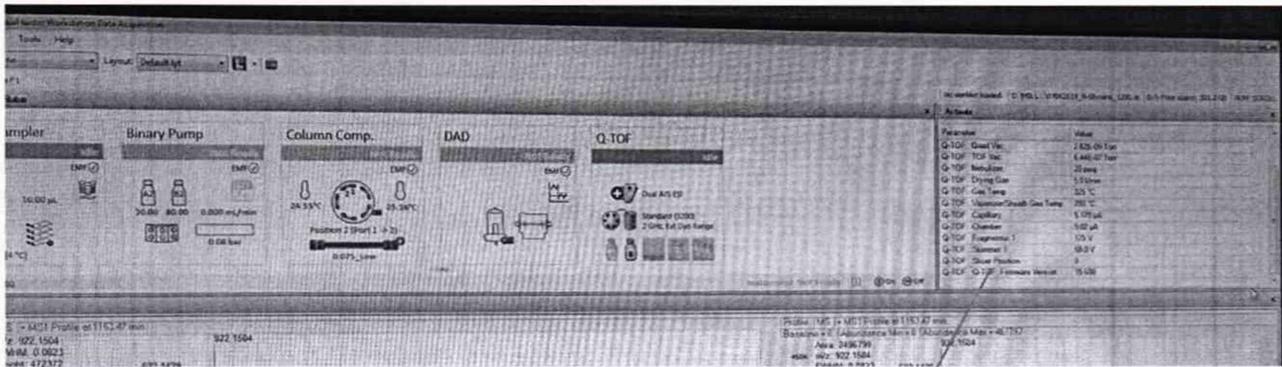


Рисунок 1 – Окно Actuals с идентификационными данными встроенного ПО

6.2.2. Определение номера версии автономного программного обеспечения

6.2.1.1. Окно с номером версии модуля Data Acquisition выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 2.



Рисунок 2 – Вид окна с версией модуля LC/MS Data Acquisition

6.2.1.2. Окно с номером версии модуля Quantitative Analysis выводится на дисплей с помощью команды Help⇒About. Вид окна приведен на рисунке 3.

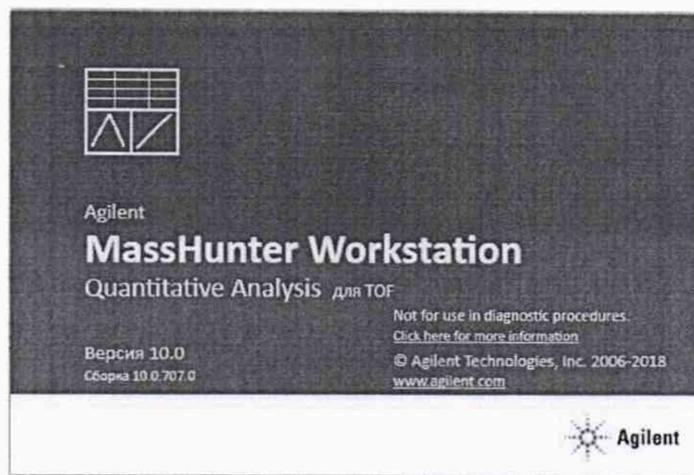


Рисунок 3 – Вид окна с версией модуля Quantitative Analyses.

6.2.3 Детектор считается прошедшим поверку по п. 6.2, если версия встроенного ПО не ниже 15.698, версия модуля LC/MS Data Acquisition не ниже В.10.00, а версия модуля Quantitative Analysis не ниже 10.0

6.3. Определение метрологических характеристик

6.3.1. Параметры

Установить параметры детектора, указанные в таблице 2 и временную программу градиента, указанную в таблице 3.

Таблица 2 – Параметры детектора

Источник ионизации	Электроспрей при атмосферном давлении (ESI/AJS ESI/Dual ESI/Dual AJS ESI)
Загружаемый метод: -левомицетин -резерпин	Create new method (chloramphenicol.m) Res_Sensitivity_MS.m
Раствор для промывки иглы автосамплера	Метанол/вода 75:25
Режим подачи элюента	Программирование градиента, см. Табл.3
Температура термостата автосамплера	4 °C
Скорость потока элюента	0,4 мл/мин
Время измерения (Stop Time)	10 мин
Температура осушающего газа (Drying Gas Temperature)	300 °C
Скорость потока осушающего газа (Drying Gas Flow)	5 л/мин
Давление распылителя (Nebulizer Pressure)	45 psi
Температура фокусирующего газа (Sheath Gas Temperature)	250 °C
Скорость потока фокусирующего газа (Sheath Gas Flow)	11 л/мин
Напряжение сопла (Nozzle voltage)	500 В

Напряжение на капилляре (Capillary voltage)	3500 В
Диапазон сканирования масс (Full-scan) режим MS	От 100 до 800
Используемая хроматографическая колонка	Zorbax SB-C18 2,1 мм/50 мм/1,8 микрон или аналогичная

Таблица 3 - Временная программа градиента

Время, мин	А (вода)	В (метанол)	Расход
0,1	90 %	10 %	0,4 мл/мин
1,0	2 %	98 %	0,4 мл/мин
3,5	2 %	98 %	0,4 мл/мин
3,51	90 %	10 %	0,4 мл/мин
10	90 %	10 %	0,4 мл/мин

6.3.2. Определение чувствительности (отношение сигнал/шум)

6.3.2.1. Перед проведением измерений рекомендуется провести кондиционирование хроматографической колонки в соответствии с руководством по эксплуатации на жидкостной хроматограф. При расчете отношения сигнал/шум используется среднеквадратическое значение шума (RMS), рассчитываемое ПО детектора.

6.3.2.2. Ввести в детектор 2,0 мкл контрольного раствора с массовой концентрацией 0,5 пг/мкл левомицетина в метаноле и с помощью программного обеспечения определить отношение сигнал/шум для иона с m/z 321.

6.3.2.3. Повторить действия, указанные в п.6.3.2.2 еще четыре раза. Полученные результаты зафиксировать.

6.3.2.4. Результаты испытаний по п 6.3.2 считаются положительными, если в серии из пяти измерений наименьшее значение отношения сигнал/шум не менее, чем указано в таблице 4.

Таблица 4 - Отношение сигнал/шум

Детекторы масс-селективные 6545 Q-TOF LC/MS (модель 6545), 6545XT AdvanceBio LC/Q-TOF (модель 6549), 6546 LC/Q-TOF (модель 6546)	50
Детекторы 6560 Ion Mobility Q-TOF LC/MS (модель 6560)	10

6.3.3 Определение относительного СКО выходного сигнала.

6.3.3.1. Определение СКО выходного сигнала проводят по контрольному раствору с массовой концентрацией 5 пг/мкл левомицетина в метаноле.

6.3.3.2. Объем вводимой пробы – 2 мкл.

6.3.3.3. Последовательно ввести пробу в прибор и зафиксировать время удерживания и площадь пика левомицетина. Повторяют операцию пять раз. При этом недостоверные результаты измерений, которые можно оценить как выбросы (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002, п. 3.21; ГОСТ Р 8.736-2011), отбраковываются и не учитываются в расчетах. В случае обнаружения выбросов проводят необходимое дополнительное число измерений.

6.3.3.4. С помощью программного обеспечения определить относительное СКО выходного сигнала по площади пика и времени удерживания.

6.3.3.5. Возможно провести расчет СКО вручную по формуле:

$$S_r = \frac{100}{N} \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (N - N_k)^2}{n-1}}, \% \quad (1)$$

где: N – среднее арифметическое результатов n - измерений;

N_k – k -е значение результата измерений;

n – число измерений.

Данные для ручного расчета берутся из суммарного рапорта результатов измерений.

6.3.3.6. Результаты поверки по п.6.3.3 считаются положительными, если значение относительного СКО выходного сигнала не превышает 10,0 % по площади пика и 3,0 % по времени удерживания.

7.Оформление результатов поверки

7.1. Данные, полученные при поверке, оформляются в форме протокола в соответствии с требованиями, установленными в организации, проводящей поверку.

7.2. Детектор, удовлетворяющий требованиям настоящей методики поверки, признается годным и на него оформляется свидетельство о поверке по установленной форме.

На оборотной стороне свидетельства приводится следующая информация:

- результаты опробования и внешнего осмотра;
- результат проверки соответствия ПО;
- результаты определения метрологических характеристик.

7.3. Детектор, не удовлетворяющий требованиям настоящей методики, к дальнейшей эксплуатации не допускается и на него выдается извещение о непригодности.

7.4. Знак поверки наносится на лицевую панель детектора (под названием) и (или) на свидетельство о поверке.

Методика приготовления поверочных растворов

1. Для приготовления поверочного раствора применяют следующее оборудование и реактивы:

- Колбы мерные 2-го класса точности с притёртой пробкой по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки мерные 2-го класса точности по ГОСТ 29228-91.
- ГСО 10165-2012 Стандартный образец состава левомицетина.
- Метанол для хроматографии кв. «ХЧ» по ТУ 6-09-1709-77.
- Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ OIML R 76-1-2011;

2. Приготовление раствора 10 мг/л (раствор «А»).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают навеску левомицетина (1,0±0,1) мг, доводят до метки метанолом. Срок хранения 7 дней в холодильнике.

3. Приготовление растворов 0,5 пг/мкл и 5,0 пг/мкл

Раствор «А» с массовой концентрацией 10 мг/л левомицетина используется для приготовления поверочных растворов 0,5 мкг/л (0,5 пг/мм³) и 5,0 пг/мкл методом последовательного объемного разбавления метанолом (при необходимости в два этапа).

Количество растворителя, необходимое для получения раствора требуемой концентрации, вычисляют используя следующую формулу:

$$C_{li} = C_{oi} \cdot \frac{V_{oi}}{V_k}, \quad (\text{a.1})$$

где C_{oi} - действительное значение концентрации компонента в растворе, используемом в качестве исходного для разбавления мг/дм³.

V_{oi} - объем раствора, используемом в качестве исходного для разбавления.

V_k - общий объем приготовленного раствора

C_{li} - расчетная (требуемая) концентрация компонента в контрольном растворе.

4. При использовании средств измерений, стандартных образцов и реактивов, указанных в п.1. настоящего приложения, относительная погрешность поверочного раствора, приготовленного по данной методике, не превышает ±5 %.